

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



REC'D 23 NOV 2004

WIPO PCT

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

PCT/EP/04/10765

Aktenzeichen: 103 44 283.9
Anmeldetag: 24. September 2003
Anmelder/Inhaber: BASF Aktiengesellschaft,
67056 Ludwigshafen/DE
Bezeichnung: Verfahren zur Regelung der Reaktor-
eintrittstemperatur bei der Methylamin-
herstellung
IPC: C 07 C 209/24

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 21. Oktober 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Kahle

Verfahren zur Regelung der Reaktoreintrittstemperatur bei der Methylaminherstellung

Beschreibung

- 5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Regelung der Reaktoreintrittstemperatur bei der Herstellung von Methylaminen durch Gasphasenreaktion aus Methanol und Ammoniak in Gegenwart eines heterogenen Katalysators. Damit die Reaktion zur Herstellung der Methylamine abläuft, müssen die Edukte bereits vorgeheizt dem Reaktor zugeführt werden.

10

In dem bei der Umsetzung von Methanol und Ammoniak zu Methylaminen anfallenden Produktstrom sind neben Monomethylamin, Dimethylamin und Trimethylamin Wasser sowie nicht umgesetzter Ammoniak und nicht umgesetztes Methanol enthalten. Die Reaktion von Methanol und Ammoniak zu Methylamin ist exotherm und erfolgt in Gegenwart eines heterogenen Katalysators. Zur Durchführung der Reaktion werden die Edukte Methanol und Ammoniak dem Reaktor vorgeheizt zugeführt.

15

- 20 Bei der Reaktion von Methanol und Ammoniak zu Methylamin entsteht mehr Trimethylamin als benötigt wird. Das überschüssige Trimethylamin wird dem Reaktorzulauf zugegeben und im Reaktor in einer endothermen Reaktion zu Dimethylamin und Monomethylamin umgesetzt. Die Vorheizung der zugeführten Edukte erfolgt in dem Reaktor vorgeschalteten Wärmetauschern. Zur Vorheizung kann wie in JP-A2-60 045 550 beschrieben der bei der Reaktion anfallende Produktgasstrom eingesetzt werden. Hierzu wird der Produktgasstrom durch die zur Vorheizung eingesetzten Wärmetauscher geleitet.
- 25 Aufgrund der in Summe exothermen Reaktionen nimmt die Temperatur im Reaktor zwischen Reaktoreinlauf und Reaktorablauf zu. Aufgrund der hohen Temperatur am Reaktorablauf wird bei Verwendung des Produktgasstromes zur Aufheizung der Edukte im stationären Betrieb keine weitere Energie zur Vorheizung der Edukte benötigt.

30

- 30 Die erforderlichen Temperaturen im Reaktor sind durch technische Begrenzungen festgelegt. Die Reaktoreintrittstemperatur muss so hoch sein, dass die Reaktion im Reaktor sofort anspringt. Weiterhin darf die Reaktorhöchsttemperatur nicht zu hoch sein, da ansonsten vermehrt eine Zersetzung der Methylamine zu gasförmigen und festen Abbauprodukten stattfindet. Die Reaktorhöchsttemperatur muss jedoch so hoch gewählt sein, dass das Methanol weitgehend umgesetzt wird und das thermische Gleichgewicht erreicht wird.
- 35

40

Bei den derzeit eingesetzten Verfahren zur Vorheizung der Edukte kann es aufgrund von Temperaturschwankungen in der Umgebung oder durch unterschiedliche Mengen an zu recycelndem Trimethylamin zu Schwankungen bei der Reaktoreintrittstemperatur kommen.

ratur kommen. Die Schwankungen der Reaktoreintrittstemperatur führen auch zu Schwankungen bei der Reaktorhöchsttemperatur. Im ungünstigsten Fall wird die Reaktorhöchsttemperatur so hoch, dass sich die Methylamine wieder zersetzen.

- 5 Aufgabe der Erfindung war es daher, ein Verfahren zur Herstellung von Methylaminen aus Methanol und Ammoniak durch Gasphasenreaktion bereitzustellen, bei dem die Reaktoreintrittstemperatur und/oder Austrittstemperatur innerhalb eines engen Bereiches geregelt wird. Weiterhin ist das Verfahren zur Herstellung von Methylamin so zu gestalten, dass zur Vorheizung und Überhitzung der Edukte im stationären Betrieb
- 10 möglichst keine Energie von außen zugeführt werden muss.

- 15 Die Lösung zur Regelung der Reaktoreintrittstemperatur und/oder Austrittstemperatur bei dem Verfahren zur Herstellung von Methylamin besteht darin, den Eduktgasstrom vor dem Eintritt in den Reaktor oder den Produktgasstrom nach dem Verlassen des Reaktors durch ein verstellbares Ventil zu leiten.

- 20 Zur Herstellung von Methylamin aus Methanol und Ammoniak als Edukten werden zunächst die Edukte in einem oder mehreren Wärmetauschern verdampft und überhitzt. Die so auf eine Temperatur im Bereich von 350°C bis 450°C, bevorzugt im Bereich von 350°C bis 400°C und besonders bevorzugt im Bereich von 360°C bis 370°C erhitzten Edukte werden mit dieser Temperatur als Reaktoreintrittstemperatur einem Reaktor zugeführt.

- 25 Neben Methanol und Ammoniak werden dem Reaktor auch die bei der Reaktion entstehenden Reaktionsnebenprodukte zugeführt. Die Reaktionsprodukte werden dazu in einer Nachbehandlung nach der Reaktion aus dem Produktgasstrom abgetrennt.

- 30 Im Reaktor werden die Edukte in Gegenwart eines heterogenen Katalysators bei einem Druck im Bereich von 15 bis 30 bar zu Monomethylamin, Dimethylamin und Trimethylamin umgesetzt. Die Reaktion zur Herstellung der Methylamine aus Methanol und Ammoniak ist exotherm, daher nimmt die Temperatur im Reaktor zu. Aus dem Reaktor wird ein Produktgasstrom, der neben Monomethylamin, Dimethylamin und Trimethylamin nicht umgesetztes Methanol und nicht umgesetzten Ammoniak sowie bei der Reaktion als Nebenprodukt erzeugtes Wasser und weitere Nebenprodukte wie Kohlenmonoxid und Kohlendioxid enthält abgezogen.
- 35

- 40 Aufgrund der exothermen Reaktion nimmt die Temperatur von Reaktoreintritt zu Reaktoraustritt zu. Damit die Temperatur im Reaktor nicht über 450°C steigt, kann durch Kühlung des Reaktors Reaktionswärme abgeführt werden.

3

Bei der Bildung der Methylamine entsteht meist mehr Trimethylamin als genutzt werden kann. Das nicht genutzte Trimethylamin wird mit dem Eduktstrom erneut der Reaktion zugeführt. Die Umsetzung von Trimethylamin zu Dimethylamin ist endotherm. Hierzu wird bei der exothermen Reaktion von Ammoniak und Methanol zu Methylaminen freiwerdende Reaktionswärme verbraucht. Aus diesem Grund kann der Reaktor auch adiabatisch betrieben werden.

Die zum Anfahren der Reaktion erforderliche Wärme kann durch eine zusätzliche Aufheizung der Edukte zugeführt werden.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung von Methylamin wird der Gasstrom nach Verdampfung und Überhitzung der Edukte durch ein Ventil geleitet. Durch das Ventil kann der Druck des Gasstromes und damit die Kondensationstemperatur nach dem Reaktor variiert werden. Das Ventil kann dazu vor oder hinter dem Reaktor eingebaut sein.

Zur Wärmeabgabe an die Edukte wird der Produktgasstrom in dem einen oder den mehreren Wärmetauschern zum Eduktstrom vorzugsweise im Gegenstrom geführt. Bei der Wärmeabgabe zum Aufheizen der Edukte wird der Produktstrom in den Wärmetauschern zumindest teilweise kondensiert. Um Erosionen durch mitgerissene Kondensattröpfchen zu vermeiden, kann den einzelnen Wärmetauschern jeweils ein Kondensatabscheider nachgeschaltet sein.

Durch eine im Ventil herbeigeführte Querschnittsverengung und die damit verbundene Druckabnahme des Gasstromes hinter dem Ventil wird die Kondensationstemperatur des Produktgasstromes abgesenkt. Aufgrund der niedrigeren Kondensationstemperatur des Produktgasstromes wird der Eduktstrom weniger stark aufgeheizt. Hierdurch nimmt die Reaktoreintrittstemperatur ab. Wenn andererseits das Ventil weiter geöffnet wird und damit der Druck hinter dem Ventil zunimmt, steigt auch die Kondensationstemperatur des Produktgasstromes. Auf diese Weise wird die Reaktoreintrittstemperatur der Edukte erhöht.

Wenn die vom Produktgasstrom übertragbare Wärme zum Vorheizen der Edukte nicht ausreicht, kann dem Produktgasstrom vorzugsweise im Zulauf zu einem der Wärmetauscher Wasserdampf zugegeben werden. Durch den zusätzlichen Wasserdampf wird die an die Edukte übertragene Wärmemenge erhöht.

Neben der Zugabe von Wasserdampf besteht auch die Möglichkeit, wenn die vom Produktgasstrom übertragene Wärmemenge zu groß ist, einen Teil des Produktgasstromes vor dem Eintritt in die Wärmetauscher abzuziehen. Dabei kann die Abzwei-

gung eines Teilstroms des Produktgasstromes an jeder dem Fachmann bekannten Stelle zwischen den Wärmetauschern oder im Wärmetauscher erfolgen. Die Menge des abgezweigten Produktgasteilstromes wird dabei vorzugsweise durch ein Ventil gesteuert.

5

Eine weitere Möglichkeit zur Regelung der Temperatur entsprechend der erfindungsgemäßen Lösung zur Herstellung von Methylamin besteht darin, die Zumischstelle des Methanolstromes in den ammoniakhaltigen Eduktstrom zu variieren. Die Zumischung des Methanols kann dabei an jeder beliebigen, dem Fachmann bekannten Stelle zwischen den einzelnen Wärmeübertragern oder an jeglicher beliebigen dem Fachmann bekannten Stelle in einem Wärmetauscher erfolgen. Vorzugsweise erfolgt die Zugabe des Methanols dabei jedoch zwischen zwei Wärmetauschern oder hinter dem letzten Wärmetauscher. Zudem kann der Ammoniak und Reaktionsnebenprodukte enthaltende Eduktstrom vor der Zumischung des Methanols vorgeheizt werden.

10

15

Das Ventil zur Variation des Druckes des Produktgasstromes ist vorzugsweise so gestaltet, dass der Druck am Ventileinlass um 0 bis 5 bar höher liegt am Ventilauslass. Weiterhin ist das Ventil vorzugsweise stufenlos verstellbar.

20

Ein Ventil im Sinne der vorliegenden Erfindung ist ein Ventil, bei dem ein Absperrkörper, zum Beispiel eine Platte, ein Kegel, ein Kolben oder eine Kugel mit einer Abhebewegung einen zylindrischen Ringquerschnitt parallel zur Strömungsrichtung freigibt, ein Schieber, bei dem der Absperrkörper mit parallel oder keilförmig gestellten Flächen einen Strömungsquerschnitt quer zur Strömungsrichtung freigibt oder ein Hahn oder einen Drehschieber, bei denen der Absperrkörper um seine Achse quer zur Strömungsrichtung gedreht und dadurch einen Strömungsquerschnitt freigibt. Neben den genannten Bauarten ist als Ventil auch jede weitere dem Fachmann bekannte Bauart zum Absperrern von Rohrquerschnitten, bei denen sich der Rohrquerschnitt variieren lässt, zu verstehen.

25

30

Als Wärmetauscher zum Vorheizen der Edukte können alle dem Fachmann bekannten Wärmetauscherbauarten eingesetzt werden. Als Wärmetauscher eignen sich zum Beispiel Rohrbündelwärmetauscher, Spiralwärmetauscher oder Plattenwärmetauscher.

35

Vorzugsweise werden jedoch Rohrbündelwärmetauscher eingesetzt. Die eingesetzten Wärmetauscher können dabei im Gleichstrom, Gegenstrom oder Kreuzstrom betrieben werden. Weiterhin ist jede dem Fachmann bekannte Kombination aus Kreuz-, Gegen- und Gleichstrom möglich. So kann zum Beispiel bei Einsatz mehrerer Wärmetauscher zumindest ein Wärmetauscher im Gleichstrom betrieben werden, während die restlichen Wärmetauscher im Gegenstrom arbeiten. Die bevorzugte Betriebsart der Wärmetauscher zur Aufheizung der Edukte ist der Gegenstrom.

40

Um die Reaktoreintrittstemperatur regeln zu können, werden an verschiedenen Stellen der Anlage zur Herstellung von Methylamin Messwerte erfasst. So kann zum Beispiel vor der Zumischung des Methanols in den ammoniakhaltigen Eduktstrom der Durchfluss des ammoniakhaltigen Eduktstromes und der Durchfluss des Methanolstromes gemessen werden. Weiterhin kann bei Zumischung des Methanols an verschiedenen Positionen des ammoniakhaltigen Eduktstromes der Durchfluss der einzelnen Methanolteilströme gemessen werden. Bei einer Auftrennung des Produktstromes in mehrere Teilströme kann in jedem Teilstrom eine Durchflussmessung erfolgen. Schließlich kann durch eine Durchflussmessung die Menge an zusätzlichem Dampf zur Aufheizung der Edukte gemessen werden.

Zur Regelung der Reaktoreintrittstemperatur ist es weiterhin erforderlich, dass die Reaktoreintrittstemperatur gemessen wird. Neben der Reaktoreintrittstemperatur können auch die Temperatur des ammoniakhaltigen Eduktstromes, des Methanols und die Temperatur am Reaktorausgang gemessen werden. Schließlich kann vorzugsweise noch eine Differenzdruckmessung zwischen dem Zulauf zum ersten Wärmetauscher und dem den ersten Wärmetauscher verlassenden zur Vorheizung der Edukte eingesetzten Produktstrom erfolgen.

Die in den Kondensatabscheidern anfallenden flüssigen Produktströme und der den ersten Wärmetauscher verlassende Produktstrom werden vorzugsweise einer Weiterbehandlung zur Abtrennung der Methylamine zugeführt.

Im Folgenden wird die Erfindung anhand einer Zeichnung näher beschrieben.

Figur 1 zeigt ein Fließbild eines erfindungsgemäß ausgebildeten Verfahrens zur Herstellung von Methylaminen.

Bei dem in Figur 1 dargestellten Verfahren zur Herstellung von Methylamin bildet ein ammoniakhaltiger Eduktstrom einen Zulauf 10 zu einem ersten Vorwärmer 1. Der Zulauf 10 kann neben Ammoniak auch bei der Methylaminherstellung erhaltene Nebenprodukte sowie überschüssige Methylamine enthalten. Bei dem in Figur 1 dargestellten Verfahren wird der Zulauf 10 im ersten Vorwärmer 1 erwärmt, anschließend mit einem Methanolzulauf 11 vermischt und als Zulauf 12 einem zweiten Vorwärmer 2 zugeführt. Im Weiteren werden die im Zulauf 12 in dem zweiten Vorwärmer 2 enthaltenen Stoffe als Edukte bezeichnet. In Figur 1 werden die im zweiten Vorwärmer 2 weitererwärmten Edukte über einen Zulauf 13 einem Überhitzer 3 zugeführt. Im Überhitzer 3 werden die Edukte auf die Reaktoreintrittstemperatur überhitzt. Die so auf Reaktoreintrittstemperatur erhitzten Edukte werden über einen Reaktorzulauf 14 einem Reaktor 4 zugeführt.

6

Im Reaktor 4 erfolgt die exotherme Umsetzung von Methanol und Ammoniak zu Monomethylamin, Dimethylamin und Trimethylamin. Zudem wird das in großen Mengen bei Reaktion entstehende, aber nur in geringen Mengen benötigte Trimethylamin, welches dem Reaktor über den Eduktstrom wieder zugeführt wurde, in einer endothermen Reaktion zu Dimethylamin und Monomethylamin umgesetzt. In der Summe sind die im Reaktor 4 ablaufenden Reaktionen jedoch exotherm. Aus diesem Grund nimmt die Temperatur entlang des Reaktors 4 zu. Über einen Reaktorausstrag 15 werden die Reaktionsprodukte abgezogen. Der über den Reaktorausstrag 15 abgezogene Produktgasstrom wird über ein Ventil 5 geleitet, mit dem der Druck vor dem Ventil 5 variiert werden kann. Neben der in Figur 1 dargestellten Ausführungsform, bei der das Ventil 5 hinter dem Reaktor 4 angeordnet ist, kann das Ventil 5 auch vor dem Reaktor 4 angeordnet sein. Eine Absenkung des Druckes führt dazu, dass die Verdampfungstemperatur des Eduktgasstromes absinkt, während eine Erhöhung des Druckes dazu führt, dass die Verdampfungstemperatur des Eduktgasstromes ansteigt.

Gemäß der in Figur 1 dargestellten Ausführungsvariante wird der Produktgasstrom im Gegenstrom durch den Überhitzer 3 und den zweiten Vorwärmer 2 sowie den ersten Vorwärmer 1 geführt. Zur Vermeidung von Erosionen im ersten Vorwärmer 1, zweiten Vorwärmer 2 und Überhitzer 3 sind zwischen dem Überhitzer 3 und dem zweiten Vorwärmer 2 ein erster Tropfenabscheider 6 und dem zweiten Vorwärmer 2 und dem ersten Vorwärmer 1 ein zweiter Tropfenabscheider 7 zwischengeschaltet. In den Tropfenabscheidern 6, 7 wird das im Überhitzer 3 und dem zweiten Vorwärmer 2 angefallene Kondensat aus dem Produktgasstrom abgetrennt. Das im ersten Tropfenabscheider 6 angefallene Kondensat wird über einen Kondensatablauf 17 einer in Figur 1 nicht dargestellten Produktaufbereitung zugeführt. Analog wird auch aus dem zweiten Tropfenabscheider 7 das anfallende Kondensat über einen Kondensatablauf 19 der Produktaufbereitung zugeführt. Der den ersten Vorwärmer 1 verlassende Produktstrom wird über einen Produktausstrag 20 ebenfalls der Produktaufbereitung zugeführt. In der Produktaufbereitung werden aus dem Produktstrom Monomethylamin, Dimethylamin und Trimethylamin abgetrennt. Da bei der Reaktion zu Dimethylamin weit mehr Trimethylamin anfällt als kommerziell benötigt wird, wird das überschüssige Trimethylamin über den Zulauf 10 erneut der Reaktion zugeführt. Entsprechend wird auch überschüssiges Monomethylamin erneut über den Zulauf 10 der Reaktion zugeführt.

Neben der Einstellung der Reaktorzulauftemperatur durch Einstellung des Druckes über das Ventil 5 besteht auch die Möglichkeit, die Reaktoreintrittstemperatur dadurch zu regeln, dass in den Produktgasstrom nach dem Ventil 5, in den Heizmediumszulauf 16, 18 in den zweiten Vorwärmer 2 oder in den Heizmediumszulauf 18 in den ersten Vorwärmer 1 Wasserdampf zugegeben wird. Neben der Zugabe des Dampfes in

7

den Heizmediumszulauf 16, 18 eines der Wärmetauscher 1, 2, 3 kann der Dampf auch direkt in das Heizmedium in einem der Wärmetauscher 1, 2, 3 zugegeben werden.

- 5 Neben dem Methanolzulauf 11 zwischen dem ersten Vorwärmer 1 und dem zweiten Vorwärmer 2 kann das Methanol auch in den Zulauf 10 zum ersten Vorwärmer 1 oder den Zulauf 13 in den Überhitzer 3 oder direkt in den Reaktorzulauf 14 zugeführt werden. Neben der Zugabe des gesamten Methanols in den Zulauf 10 zum ersten Vorwärmer 1, den Zulauf 12 in den zweiten Vorwärmer 2, den Zulauf 13 in den Überhitzer 3 oder den Reaktorzulauf 14 kann der Methanolzulauf 11 auch in einzelne Teilströme aufgeteilt werden. Dabei können die Teilströme an unterschiedlicher Position dem Eduktstrom zugemischt werden.

- 15 Neben der in Figur 1 dargestellten Ausführungsvariante mit einem ersten Vorwärmer 1, einem zweiten Vorwärmer 2 und einem Überhitzer 3 ist es auch möglich, nur einen Wärmetauscher zum Verdampfen und Überhitzen einzusetzen, einen Wärmetauscher zum Verdampfen und einen Wärmetauscher zum Überhitzen. Auch ist jede beliebige andere Anzahl an Wärmetauschern zum Verdampfen und Überhitzen des Eduktstromes denkbar.

- 20 Außer dem in Figur 1 dargestellten Betrieb der Wärmetauscher 1, 2, 3 im Gegenstrom ist auch ein Betrieb im Gleichstrom oder im Kreuzstrom denkbar, sowie jede bekannte Kombination aus Gegenstrom, Gleichstrom oder Kreuzstrom.

- 25 Insbesondere bei Verwendung nur eines Wärmetauschers zum Verdampfen und Überhitzen des Eduktstromes ist vorzusehen, den Methanolzulauf 11 an jeder beliebigen Position des Wärmetauschers zu ermöglichen.

- 30 Durch die Regelung des Druckes des Produktgasstromes durch das Ventil 5, die Position des Methanolzulaufs 11 und die optionale Zugabe von Wasserdampf in den Produktstrom zur Aufheizung der Edukte lässt sich die Reaktoreintrittstemperatur auf eine Temperatur im Bereich von 360°C bis 370°C regeln. Durch die Regelung der Reaktoreintrittstemperatur auf eine Temperatur im Bereich von 360°C bis 370°C wird gewährleistet, dass die Temperatur im Reaktor 450°C nicht übersteigt. Die Temperaturerhöhung im Reaktor 4 erfolgt durch die freiwerdende Wärme bei der exothermen Reaktion zur Bildung von Methylamin. Ein Teil der Wärme wird jedoch zur endothermen Umsetzung von Trimethylamin benötigt. Um die Reaktortemperatur im Bereich von 360°C bis 450°C zu halten, kann der Reaktor adiabatisch betrieben werden oder es kann durch Kühlung des Reaktors 4 Reaktionswärme abgeführt werden.

8

Die zur Reaktion erforderliche Aktivierungsenergie wird zum Start der Reaktion vorzugsweise durch eine elektrische Aufheizung zugeführt.

Bezugszeichenliste

	1	erster Vorwärmer
5	2	zweiter Vorwärmer
	3	Überhitzer
	4	Reaktor
	5	Ventil
	6	erster Tropfenabscheider
10	7	zweiter Tropfenabscheider
	10	Zulauf
	11	Methanolzulauf
	12	Zulauf in den zweiten Vorwärmer 2
	13	Zulauf in den Überhitzer 3
15	14	Reaktorzulauf
	15	Reaktorausstrag
	16	Heizmediumszulauf in den zweiten Vorwärmer 2
	17	Kondensatablauf
	18	Heizmediumszulauf in den ersten Vorwärmer 1
20	19	Kondensatablauf
	20	Produktausstrag

25

Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zur Herstellung von Metylaminen durch Gasphasenreaktion aus Methanol und Ammoniak als Edukte in Gegenwart eines heterogenen Katalysators bei einem Druck im Bereich von 15 bis 30 bar, bei dem die Edukte in einem oder mehreren Wärmetauschern (1, 2, 3) verdampft, zu einem Eduktgasstrom überhitzt und anschließend einem Reaktor (4) zugeführt werden, wobei die Edukte entweder im Zulauf zu einem der Wärmetauscher (1, 2, 3) oder an einer beliebigen anderen Position des Wärmetauschers (1, 2, 3) vermischt werden, aus dem
- 10 Reaktor (4) ein Monomethylamin, Dimethylamin und Trimethylamin sowie Reaktionsnebenprodukte enthaltender Produktgasstrom abgezogen wird, dadurch gekennzeichnet, dass zur Regelung der Reaktoreintrittstemperatur der Edukte auf eine Temperatur im Bereich von 360°C bis 370°C der Eduktgasstrom oder Produktgasstrom zur Variation des Druckes teilweise oder vollständig durch ein verstellbares Ventil (5) geleitet wird.
- 15 2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Ventil (5) stufenlos verstellbar ist.
- 20 3. Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Ventil vor oder hinter dem Reaktor eingebaut ist.
- 25 4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Produktgasstrom zur Verdampfung und Überhitzung der Edukte eingesetzt wird, wobei der Produktgasstrom teilweise kondensiert.
- 30 5. Verfahren gemäß Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass ein Teilstrom des Produktgasstromes zur Verdampfung und Überhitzung der Edukte verwendet wird.
6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die bei der Reaktion entstehenden Reaktionsnebenprodukte aus dem Produktgasstrom abgetrennt und erneut dem Reaktor (4) zugeführt werden.
- 35 7. Verfahren gemäß Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Ammoniak und die erneut dem Reaktor (4) zugeführten Reaktionsnebenprodukte vorgeheizt werden, bevor das Methanol zugegeben wird.

2

8. Verfahren gemäß einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass zur Vorwärmung und Überhitzung der Edukte dem Produktgasstrom Wasserdampf zugefügt wird.
- 5 9. Verfahren gemäß einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass der Reaktor (4) adiabatisch betrieben wird.
10. Verfahren gemäß einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass durch Kühlung des Reaktors (4) Reaktionswärme abgeführt wird.
- 10 11. Verfahren gemäß einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass beim Einsatz mehrerer Wärmetauscher (1, 2, 3) zur Verdampfung und Überhitzung der Edukte hinter jedem Wärmetauscher (1, 2, 3) ein Tropfenabscheider (6, 7) zur Kondensatabscheidung aus dem Produktgasstrom eingesetzt wird.
- 15 12. Verfahren gemäß einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck am Ventileinlass um 0 bis 5 bar höher liegt als am Ventilauslass.
- 20 13. Verfahren gemäß einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass zum Anfahren der Reaktion die Edukte elektrisch aufgeheizt werden.
- 25 14. Verfahren gemäß einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Verdampfung und Überhitzung der Edukte im Gegenstrom erfolgt.
- 30 15. Verfahren gemäß einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Verdampfung und Überhitzung der Edukte im Gleichstrom erfolgt.
- 35 16. Verfahren gemäß einem oder mehrerer der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass bei Verwendung mehrerer Wärmetauscher (1, 2, 3) zur Verdampfung und Überhitzung der Edukte mindestens ein Wärmetauscher (1, 2, 3) im Gleichstrom und mindestens ein Wärmetauscher (1, 2, 3) im Gegenstrom arbeitet.

40

Verfahren zur Regelung der Reaktoreintrittstemperatur bei der Methylaminherstellung

Zusammenfassung

- 5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Methylaminen durch Gasphasenreaktion aus Methanol und Ammoniak als Edukten in Gegenwart eines heterogenen Katalysators bei einem Druck im Bereich von 15 bis 30 bar. Die Edukte werden in einem oder mehreren Wärmetauschern (1, 2, 3) verdampft, zu einem Eduktgasstrom überhitzt und anschließend einem Reaktor (4) zugeführt, wobei die Vermischung der
- 10 Edukte im Zulauf zu einem der Wärmetauscher (1, 2, 3) oder an einer beliebigen Position in einem Wärmetauscher (1, 2, 3) erfolgen kann. Aus dem Reaktor (4) wird ein Monomethylamin, Dimethylamin und Trimethylamin sowie Reaktionsnebenprodukte enthaltender Produktgasstrom abgezogen. Zur Regelung der Reaktoreintrittstemperatur der Edukte auf eine Temperatur im Bereich von 360°C bis 370°C wird der Eduktgasstrom oder der Produktgasstrom zur Variation des Druckes und damit der Kondensationstemperatur teilweise oder vollständig durch ein verstellbares Ventil (5) geleitet.
- 15

(Figur 1)

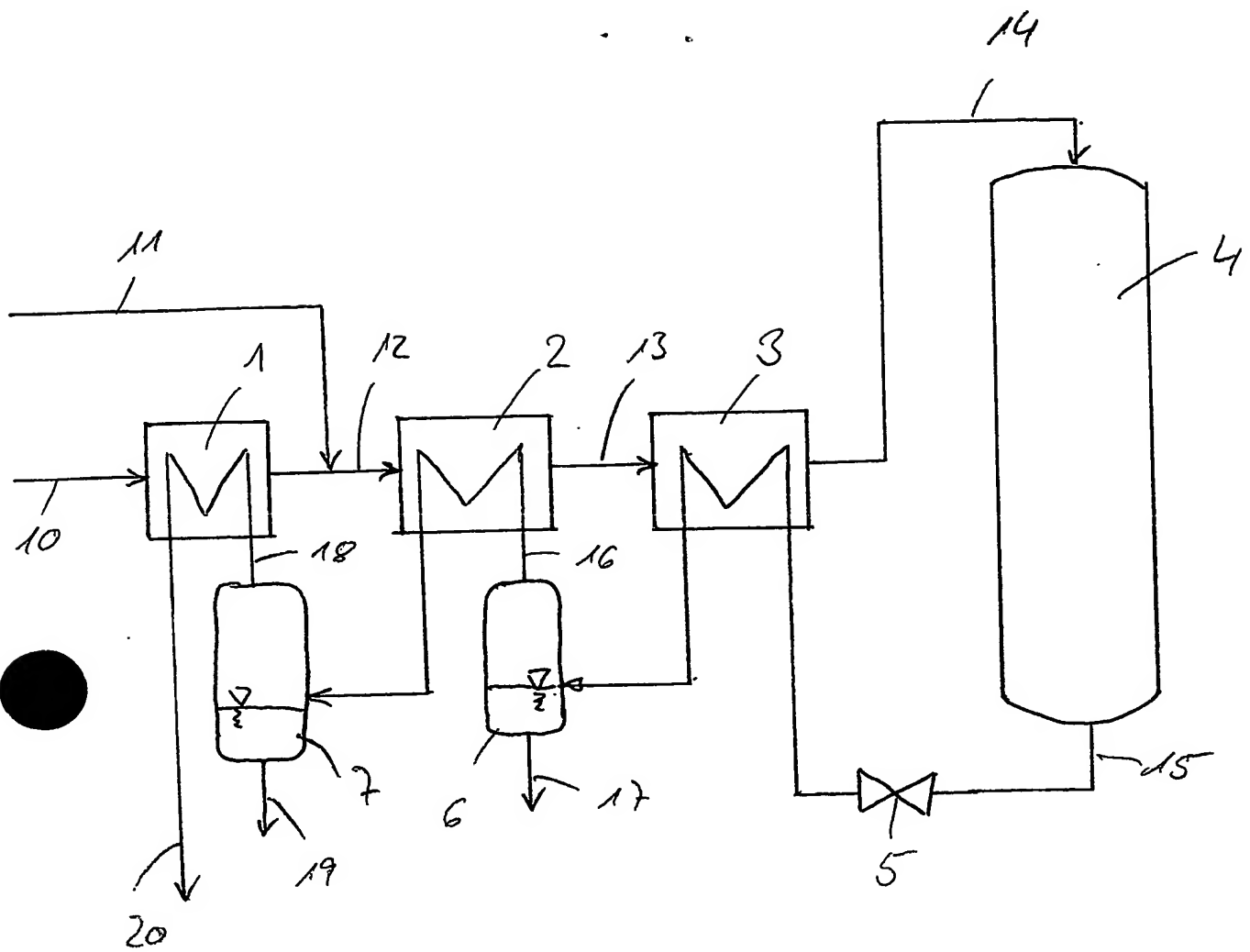


Fig 1

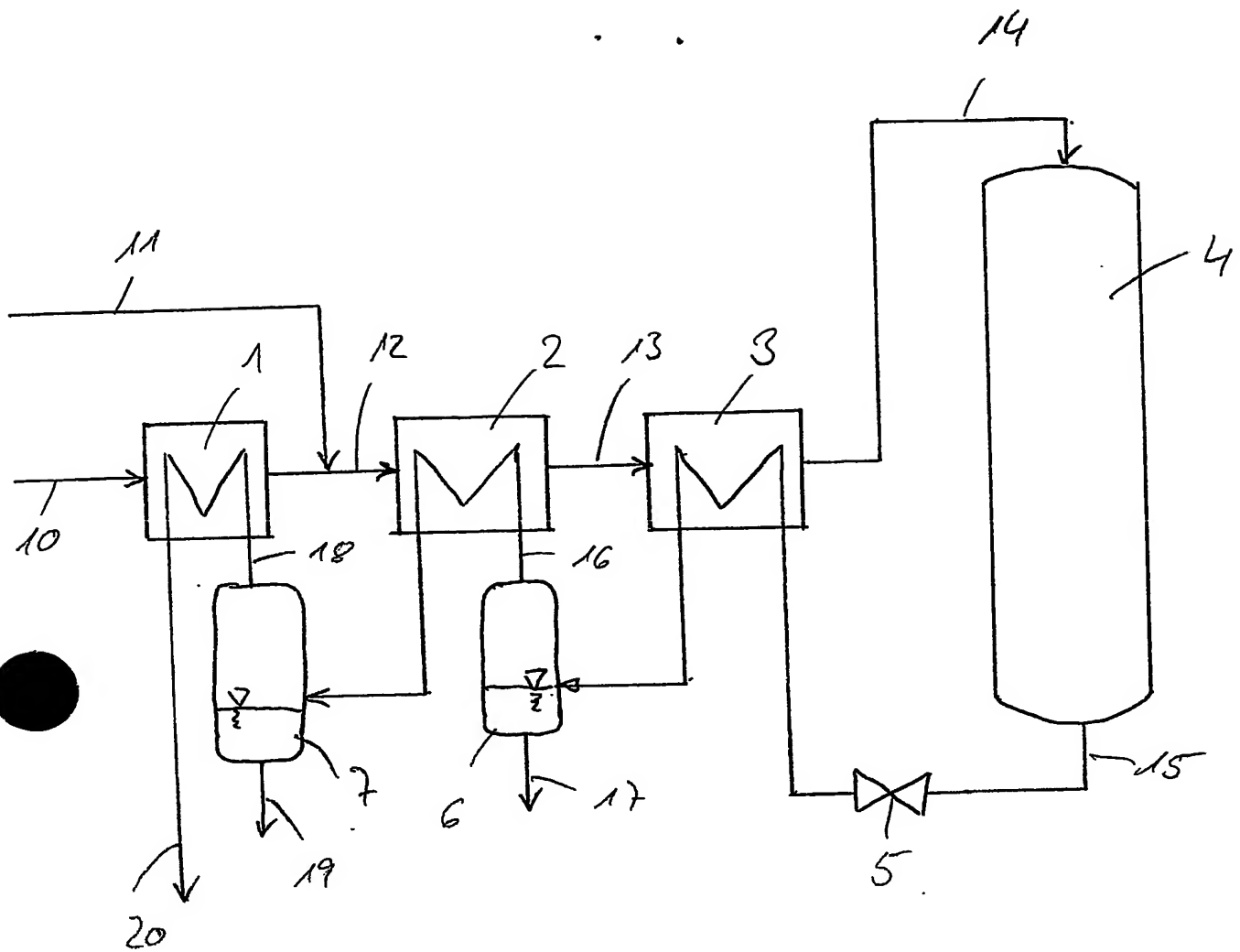


Fig 1